



異形圧粉体の焼結時における不均一変形のin-situ計測とメカニズム解析

著者	水野 幸隆
号	1700
発行年	1996
URL	http://hdl.handle.net/10097/10507

氏 名	水 野 幸 隆
授 与 学 位	博 士 (工 学)
学 位 授 与 年 月 日	平 成 8 年 7 月 10 日
学 位 授 与 の 根 拠 法 規	学 位 規 則 第 4 条 第 2 項
最 終 学 歴	昭 和 55 年 3 月 東北大学工学部金属工学科卒業
学 位 論 文 題 目	異形圧粉体の焼結時における不均一変形のin-situ計測とメカニズム解析
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 渡辺 龍三 東北大学教授 新山 英輔 東北大学教授 池田 圭介

論 文 内 容 要 旨

近年、MIM技術の登場やFGMなどの新材料開発において、焼結時の不均一変形の予測および防止技術の開発が重要課題として注目されている。本研究は、この不均一収縮の制御を目指すという観点から行った基礎的研究であり、測定方法と解析方法について新たに開発を行ない、画像を用いた2次元計測によって実際の不均一収縮挙動を明らかにするとともに、焼結機構に基づいたコンピュータシミュレーション解析によって、焼結時の不均一収縮のメカニズムの究明を試みたものである。

以下、章を追ってその内容の要点を述べる。

第1章は序論であり、粉末冶金分野における焼結工程での問題点と本研究の目的を述べている。焼結時の不均一収縮の制御のためには、従来からのディラトメータによる1次元焼結収縮測定では不十分であり、2次元計測方法により詳細かつ連続的に焼結収縮挙動を測定する必要があること、また不均一収縮のメカニズム解明のためには焼結機構に基づいたコンピュータシミュレーション解析が必要であることを述べている。

第2章では、新たに開発した「焼結収縮のin-situ計測システム」と焼結収縮のコンピュータシミュレーションについて、それらの方法と基礎理論を述べている。

第2章第1節は焼結収縮を2次元に測定するために新たに開発した「焼結収縮のin-situ計測システム」について述べている。本システムは真空炉で焼結中の試料を外部から照明およびモニタできるように工夫したもので、CCDカメラを過して画像処理装置に入力された画像データを、ワークステーション上で画像解析プログラムを用いて解析し、不均一収縮を2次元に測定するものである。また、計測のためのソフトウェアであるデジタル画像の輪郭線抽出、デジタル像相互相関法、および修正デジタル像相互相関法(MR-DIC法)についてそれらの原理と特徴を述べている。本システムに用いたデジタル像相互相関法は、焼結収縮の進行に伴う試料の表面状態の変化やヒータ等の炉材の自然発光による試料の照明状態の変化があっても、圧粉体表面の各点の変位が測定できるようにアルゴリズムを工夫したものである。また、MR-DIC法はデジタル像相互相関法を基に焼結収縮測定用にさらに改良したもので、従来のデジタル像相互相関法の全測定点がひとつの基準画像を参照するという方法を改め、個々の測定点が個別に基準画像を参照できるようにし、基準画像の切替えも個別に行えて、かつ従来より少ないメモリで実行できる方法である。これにより、個々の測定点は必要に応じて、相異なる基準画像を参照することができ、他の測定点の基準画像切り替えの影響を受けずに、

固有の測定精度を有することができるようになった。

第2章第2節では、焼結中の不均一変形挙動を解析するために開発したシミュレーションプログラムの基礎理論について述べている。プログラムは4つの基本的な部分から成る。すなわち、(1)焼結中の成形体内の温度分布を明らかにするための寸法変化を考慮した熱伝導解析、(2)成形体各部の密度変化と質量保存則による寸法変化の解析、(3)密度変化と質量保存則による寸法変化の解析、(4)得られた焼結収縮量をひずみに置き換えた有限要素法による変形解析である。数値計算は、(1)～(3)を繰り返して解き、得られた成形体内の焼結収縮量をひずみとみなして変形解析(4)を行うことにより、焼結時の不均一変形挙動を求めている。ここで、(2)の焼結モデルは、AshbyらのSintering Diagram理論を用いている。

第3章では、金型成形した圧粉体の焼結時の不均一収縮を測定した結果について述べている。

第3章第1節では、金型内に積層充填し成形した6層構成のSUS304/PSZ系傾斜材料の焼結中の収縮分布を、デジタル画像の輪郭線抽出法を用いて測定できることを示し、その結果を各層組成の均質材料の焼結収縮曲線と比較して考察している。焼結中の傾斜材料の形状は、各均質材料の焼結収縮の寸法変化データから予想される形状と傾向は一致するが、焼結収縮量の小さい層によって隣接する層が拘束を受け、焼結収縮が抑制されていることを明らかにしている。

第3章第2節では、金型成形したカーボニルニッケル圧粉体の焼結に伴う不均一収縮が、デジタル像相互相関法により測定可能であることを示し、デジタル像相互相関法により得られた表面各部の変位データから、焼結時の収縮分布や収縮の異方性を求める方法について提案している。また、金型に粉末を充填した際の充填密度の不均一や、圧粉の際の金型と粉末粒子間および粉末粒子同士の摩擦によって生じたニュートラルゾンの影響と考えられる焼結中の不均一収縮や収縮の異方性を明らかにしている。

第4章では、デジタル像相互相関法を改良して測定精度を向上させたMR-DIC法により、4種類の形状のステンレス鋼粉末射出成形体の焼結収縮の2次元測定を行なっている。焼結に伴う不均一変形挙動を明らかにするとともに、その原因を推定して、(1)焼結前の試料内部の粉末充填密度分布によるもの、(2)焼結中の試料内部の温度分布から発生する密度差によるもの、(3)重力などの外力によるものに分類している。具体的な不均一変形例を加えてそれらの特徴を述べると以下の様である。

(1)車輪型試料では、3カ所の外筒とリブの接続部分において、焼結収縮の進行に伴って他の部分より外筒の半径が小さくなる現象が観察された。この現象は、組織解析による各部の相対密度特定の結果を含めて考察すると、焼結前の相対密度が外筒部分と比較してリブまたは内筒で小さいために、焼結による収縮量が外筒円形部分よりその内側の部分で大きく、焼結収縮の進行に伴ってリブが外筒を内側に引張って生じた不均一変形と考えられる。

(2)コの字型試料と厚肉部のあるコの字型試料では、フランジ上の左右の壁が一度大きく外側に開いた後に再び閉じて、相似形に近い形に収縮する現象が観察された。試料温度の測定結果も含めて考察すると、これは焼結中の試料内部の温度分布が原因で生じた密度上昇の不均一による不均一変形と考えられる。不均一変形は、試料の熱伝導率が低く収縮速度が急激に増加する焼結初期に発生して拡大し、焼結中期より元の形状に戻ろうとする傾向がある。

(3)平板状の円柱支持試料では温度分布に加えて、重力の影響による不均一変形、平板状の角柱支持の試料では温度分布と重力の影響に加えて試料台との摩擦による変形が観察された。重力など、一定の外力による不均一変形は、その変形速度が焼結収縮速度に比例する。このことより、外力による不均一変形は焼結中の粉末粒子の再配列挙動、および焼結収縮の際の物質輸送と密接な関係があると推定される。

第5章ではコンピュータシミュレーションによるMIM成形品の焼結挙動の解析結果について述べている。

第5章第1節では、成形体が均一加熱されて均一収縮した場合のSUS304圧粉体の1次元の焼結収縮曲線について検討し、粉末粒子径や初期相対密度などの初期条件が焼結収縮挙動に及ぼす影響について解析を行っている。ステンレス鋼の焼結挙動の解析には粒子表面に存在する酸化皮膜の存在とその昇温中における消失を考慮する必要があることを明らかにし、それを考慮した計算方法を提案している。そして、この酸化皮膜の存在と消失を考慮することにより、焼結収縮曲線の計算値は実測値と一致することを示している。また、粉末粒子径が小さくなるほど見かけの焼結収縮開始が早く、温度の上昇に伴う焼結収縮の進行も速いこと、また、焼結開始直後はネック成長の90%程度が表面拡散機構の寄与によるものであり、したがって焼結収縮よりも粒子間ネックの成長が顕著であることなど、シミュレーション結果は

現実の焼結工程における現象とよく一致した。

第5章第2節では、熱伝導解析、有限要素法による変形解析を組み込んだ2次元の平板型とコの字型モデルによるSUS304粉末射出成形体の焼結収縮挙動の解析を行い、第4章において焼結収縮に伴う不均一変形の原因の一つとしてあげた成形体内の温度分布の影響について、実験結果と比較して考察している。成体内部に温度の不均一が存在する場合について焼結収縮の2次元解析を行った結果は、反りの大きさや反りが最大となる温度に多少の違いはあるものの、実験観測結果とよく一致する。これにより、温度分布による成形体の不均一変形は、試料の熱伝導率が低く収縮速度が急激に増加する焼結初期に発生して拡大し、試料の熱伝導率が上昇する焼結中期より元の形状に戻ろうとする傾向があることが確認できた。

以上本研究は、焼結時の不均一変形の予測および防止に必要な技術とデータを提供する目的で、計測とコンピュータシミュレーションの2方向からのアプローチを行ったものである。本研究で開発した画像を用いた2次元測定システム「in-situ計測システム」は、粉末成形品の新しい焼結収縮測定法であるのみならず、高温非接触測定が要求される分野への応用が可能であり、さらに3次元形状変化等への適用も期待される。本システムを用いて、MIM成形品や傾斜機能材料などの焼結中の2次元形状変化を詳細かつ連続的に定量化したデータは、新規性の高いものであり、今後焼結に伴う不均一変形研究に大いに役立つものと考えられる。また、粉末粒子レベルの焼結モデルに基づいたコンピュータシミュレーション解析によって、焼結時の不均一収縮のメカニズムを究明する試みは、それまで別々の解析対象であった粉末成形体のマクロな不均一収縮現象と個々の粉末粒子サイズでの焼結機構を結び付けた新しい試みである。焼結モデルや解析アルゴリズムを改良することにより今後さらに発展させ得るものとする。

審 査 結 果 の 要 旨

本論文は、傾斜機能材料や射出成形体のような新しい焼結材料の開発で問題となる焼結時における不均一変形について、その計測および解析手法を開発し、またコンピュータシミュレーションにより焼結時の不均一収縮のメカニズムを明らかにした経緯をまとめたものであり全編6章よりなる。

第1章は序論であり、本研究の背景および目的を述べている。

第2章では、新たに開発したデジタル像相互相関法による「焼結収縮のin-situ計測システム」の構築と、焼結物質移動理論に基づく焼結収縮のコンピュータシミュレーションについて、それらの方法と基礎理論を述べている。

第3章では、金型内に積層充填して成形した6層構成のSUS304/PSZ系組成傾斜材の焼結中の収縮分布が、デジタル画像の輪郭線抽出法により測定できることを示し、焼結収縮量の小さい層によって隣接する層が拘束を受け、焼結収縮が抑制されていることを明らかにしている。また、金型成形したカーボニルニッケル圧粉体の焼結に伴う不均一収縮をデジタル像相互相関法により測定し、焼結時の収縮分布や収縮の異方性を明らかにしている。

第4章では、デジタル像相互相関法を改良して測定精度を向上させたMR-DIC法により、4種類の形状のステンレス鋼粉末射出成形体の焼結収縮の2次元的測定を行なっている。焼結に伴う不均一変形挙動を明らかにするとともに、その原因を推定して、(1)焼結前の試料内部の粉末充填密度分布によるもの、(2)焼結中の試料内部の温度分布から発生する密度分布によるもの、(3)重力などの外力によるものに分類している。

第5章では、コンピュータシミュレーションによる金属射出成形体の焼結挙動の解析結果について述べている。熱伝導解析および有限要素法に基づく変形解析を併用して平板型とコの字型モデルによるSUS304粉末射出成形体の焼結収縮挙動の解析を行い、温度分布による成形体の不均一変形は、試料の熱伝導率が小さく収縮速度が急激に増加する焼結初期に発生して拡大し、試料の熱伝導率が上昇する焼結中期より元の形状に戻ろうとする傾向があることを明らかにしている。

第6章は総括である。

以上要するに本論文は、高性能焼結材料の開発に不可欠な寸法制御のための手法を開発し、不均一変形の成因を明らかにしたものであり、材料加工学の発展に寄与するところ少なくない。

よって本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。